

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

①⑪ N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 674 848

②① N° d'enregistrement national : **91 03944**

⑤① Int Cl⁸ : C 07 C 59/08, 51/02; C 12 N 1/38; A 23 C 19/02;
A 21 D 19/02; A 23 L 1/218, 1/22

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 02.04.91.

③⑦ Priorité :

④③ Date de la mise à disposition du public de la
demande : 09.10.92 Bulletin 92/41.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche : *Se reporter à la fin du présent fascicule.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : *société anonyme dite: SOCIETE
ANGEVINE DE BIOTECHNOLOGIE BIOPROX — FR.*

⑦② Inventeur(s) : Ritzenthaler Gilbert, Alphonse, Albert et
Blanc Philippe.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire : Cabinet de Boisse de Boisse L.A. -
Colas J.P.

⑤④ Préparation d'un concentré d'acide lactique à partir d'un résidu de l'industrie des ferments, concentré obtenu et son utilisation dans l'industrie alimentaire.

⑤⑦ L'invention concerne un procédé pour convertir un résidu contenant un lactate, par exemple d'ammonium, de sodium ou de potassium provenant, de la fabrication de ferments lactiques en un concentré d'acide lactique, caractérisé en ce qu'il consiste à (a) remplacer les cations associés au lactate présent dans ledit résidu par des ions H⁺, et (b) concentrer le résidu obtenu en (a) jusqu'à une concentration en acide lactique d'au moins 5% en poids.

Le concentré obtenu est utile dans l'industrie alimentaire pour réaliser un abaissement de pH et/ou pour activer des microorganismes.

FR 2 674 848 - A1



La présente invention concerne la préparation d'un concentré d'acide lactique d'origine naturelle à partir d'un résidu de l'industrie des ferments, le concentré obtenu et son utilisation dans l'industrie alimentaire.

5 Le concentré d'acide lactique obtenu est utile dans l'industrie alimentaire, par exemple en fromagerie, panification, salaisonnerie, pour ajuster le pH des produits et pour activer les microorganismes éventuellement appelés à réaliser une transformation au
10 sein de ces produits, tels que ferments lactiques, levures, etc...

Selon la présente invention, on se propose de valoriser le bouillon épuisé issu de la préparation de ferments lactiques.

15 Les ferments lactiques destinés à l'industrie laitière et fromagère sont préparés sous forme de ferments concentrés congelés ou lyophilisés selon des procédés connus des hommes de l'art.

La fabrication de ces ferments laisse un résidu, le
20 milieu de culture épuisé, riche en lactate. La nature du cation du lactate dépend de la base utilisée pour maintenir le pH de la culture à une valeur déterminée, optimale pour la croissance du microorganisme considéré. Habituellement on emploie de l'ammoniaque, de la soude ou
25 de la potasse. La base utilisée le plus fréquemment est, toutefois, l'ammoniaque.

Ce résidu, lorsqu'il est envoyé en station d'épuration aérobie, constitue une charge polluante très élevée du fait qu'il fournit un apport d'azote très
30 important qui ne peut être fixé par la biomasse et se retrouve ainsi dans l'eau épurée rejetée dans l'environnement.

L'invention vise à valoriser ce résidu en le convertissant en un concentré d'acide lactique utile dans
35 l'industrie alimentaire.

Plus particulièrement, l'invention concerne un procédé pour convertir un résidu contenant un lactate

provenant de la fabrication de ferments lactiques en un concentré d'acide lactique, caractérisé en ce qu'il consiste à (a) remplacer les cations associés au lactate présent dans ledit résidu par des ions H^+ , et (b)
5 concentrer le résidu obtenu en (a) jusqu'à la concentration en acide lactique désirée.

Le remplacement des cations, par exemple NH_4^+ , Na^+ ou K^+ , par des ions H^+ peut s'effectuer par tous moyens permettant d'échanger ces cations par des ions H^+ , par
10 exemple par passage du résidu sur une résine échangeuse de cations sous forme acide, par électrodialyse, etc...

Le jus acide obtenu dans l'étape (a) peut ensuite être concentré, par exemple par évaporation ou distillation, avec application d'un vide éventuel, jusqu'à
15 obtention d'un concentré contenant la proportion désirée d'acide lactique. Des concentrations de 40 à 60% en poids et plus d'acide lactique peuvent être obtenues, si désiré.

L'invention concerne aussi le concentré d'acide lactique obtenu par le procédé de l'invention.

20 Toutes les matières premières utilisées pour la production des ferments étant de qualité alimentaire, de même que les opérations de fabrication subies par le concentré, respectant les règles de la plus stricte hygiène, le concentré obtenu est utilisable dans
25 l'alimentation humaine, par exemple pour réaliser un abaissement de pH ou pour activer des microorganismes devant réaliser une transformation dans un processus d'élaboration d'aliments.

De plus, les matières premières utilisées pour la
30 fabrication des ferments lactiques étant toutes d'origine naturelle, et l'acide lactique formé résultant de l'action d'un microorganisme, le concentré peut être considéré comme une source d'acide lactique naturel.

Le milieu de culture des ferments lactiques étant
35 volontairement très riche en facteurs de croissance de toutes sortes, ceux-ci ne sont généralement pas totalement épuisés par la croissance du microorganisme, et le

concentré d'acide lactique produit contient donc des facteurs de croissance. Ceci le rend intéressant comme additif à du lait avant emprésurage pour abaisser le pH du lait en évitant la prématuration, ou à de la pâte à pain
5 pour l'obtention de pains au levain et de pains à pâte acidifiée.

De plus, lorsque la portion non-sucre du milieu de culture est constituée en grande partie d'extrait de levure, comme cela est souvent le cas, le concentré obtenu
10 selon l'invention présente également des qualités aromatisantes, qui peuvent rendre son usage très intéressant en charcuterie (addition à de la mēlée), en salaisonnerie (addition à de la saumure), dans des plats cuisinés, dans des sauces etc... comme régulateur de pH et
15 comme flavorisant et renforçateur de goût.

L'invention sera maintenant illustrée par les exemples non limitatifs suivants :

EXEMPLE 1

Dans un fermenteur de 1500 litres, on prépare un
20 milieu de culture dont la composition est la suivante :

lactose alimentaire	55 Kg
extrait de levure en poudre	22,5 Kg
eau potable, QSP	1000 litres

Le pH du milieu est ajusté à 6,5 avec de la soude ou
25 de l'acide chlorhydrique.

Le milieu est stérilisé à 120°C pendant 12 minutes, refroidi à 30°C et inoculé avec 15 litres d'une culture de *Lactococcus cremoris* développée sur un milieu de composition identique dans un fermenteur de 20 litres.

30 On procède à une culture à 30°C avec régulation du pH à 6,5 avec une solution de NH_4OH à 10% jusqu'à l'arrêt de la croissance.

La culture est ensuite réfrigérée et centrifugée pour séparer la biomasse qui subit un traitement
35 particulier (congélation, lyophilisation) pour en assurer la conservation.

Le bouillon épuisé est envoyé pour percolation sur une colonne de résine échangeuse de cations DOWEX 50 x 8 préalablement régénérée avec une solution acide et lavée.

Le bouillon sort de cette colonne avec une teneur en
5 acide lactique de 3,5 à 4,5%. Ce bouillon est ensuite concentré par évaporation jusqu'à ce que sa teneur en acide lactique soit, par exemple, de 40 à 60% en poids.

EXEMPLE 2

Dans un fermenteur de 1500 litres, on prépare 1000
10 litres d'un milieu de culture dont la composition est la suivante :

lactosérum en poudre : 80 Kg

eau : 910 Kg

Après dissolution, le pH est ajusté à 7,0 avec une
15 solution de soude, la solution est chauffée à 50°C et une protéase est ajoutée afin d'hydrolyser les protéines sériques contenues dans le lactosérum et les rendre non précipitables à chaud. Après avoir laissé la protéolyse s'effectuer pendant 3h à 50°C, la solution est additionnée
20 de 10 Kg d'extrait de levure en poudre.

Le milieu de culture ainsi préparé est ajusté à pH 6,5 si nécessaire, puis stérilisé pendant 12 minutes à 120°C.

Le milieu est refroidi à 43°C et inoculé avec une
25 culture mixte de *Lactobacillus bulgaricus* et de *Streptococcus thermophilus* préparée dans un fermenteur annexe de 20 litres.

En cours de culture, le pH du milieu est maintenu à 5,2 par addition d'une solution d'ammoniaque à 10%
30 environ, jusqu'à l'arrêt de la croissance.

La culture est alors réfrigérée, puis centrifugée pour séparer la biomasse.

Le bouillon épuisé est envoyé pour percolation sur une colonne échangeuse de cations DOWEX 50 x 8
35 préalablement régénérée avec une solution acide et lavée.

Le bouillon sort de cette colonne avec une teneur en acide lactique de 4 à 5%. Ce bouillon acide est concentré

par évaporation, par exemple jusqu'à une teneur de 30 à 40% en acide lactique.

EXEMPLE 3

Un concentré liquide titrant 40% d'acide lactique
5 est préparé selon le procédé décrit dans l'exemple 1.

Ce concentré est mélangé à un extrait de levure à 50% de matière sèche, dans la proportion de 1 pour 1. On obtient ainsi un produit acidifiant présentant un pouvoir activateur très important vis-à-vis de microorganismes,
10 tels que des ferments lactiques.

EXEMPLE 4

Cet exemple illustre l'effet de l'addition de concentrés lactiques obtenus selon les procédés décrits dans l'exemple 1 (produit A à 40% d'acide lactique) et
15 dans l'exemple 3 (produit B à 20% d'acide lactique) sur l'acidification de lait avec des ferments mésophiles.

On compare l'acidification de laits écrémés reconstitués, additionnés ou non d'un concentré selon l'invention. Les résultats sont rapportés dans le Tableau
20 ci-après.

Dose d'ensemencement : 2,5 milliunités acidifiantes pour 100 ml de lait à l'aide de ferments lactiques concentrés lyophilisés.

Température d'incubation : 30°C.

25 On voit que l'addition d'un concentré selon l'invention accroît notablement l'activité des ferments.

Il va de soi que les modes de réalisation décrits ne sont que des exemples et qu'on pourrait les modifier, notamment par substitution d'équivalents techniques, sans
30 sortir pour cela du cadre de l'invention.

Echantillon	Initialement		Après 4 heures		Après 6 heures	
	pH	Acidité*	pH	Acidité	pH	Acidité
Lait (témoin)	6,5	17	6,25	22	5,60	36
Lait + 0,5°/oo en poids de produit A	6,4	19	6,15	24	5,50	40
Lait + 1°/oo en poids de produit B	6,4	19	6,05	26	5,30	46

* Les acidités sont exprimées en degrés DORNIC

REVENDICATIONS

1. Un procédé pour convertir un résidu contenant un lactate provenant de la fabrication de ferments lactiques en un concentré d'acide lactique, caractérisé en ce qu'il
5 consiste à (a) remplacer les cations associés au lactate présent dans ledit résidu par des ions H^+ , et (b) concentrer le résidu obtenu en (a) jusqu'à une concentration en acide lactique d'au moins 5% en poids.

2. Un procédé selon la revendication 1, caractérisé
10 en ce que le remplacement des cations par des ions H^+ est effectué par passage du résidu sur une résine échangeuse de cations sous forme acide ou par électrodialyse.

3. Un procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce que les cations sont des cations NH_4^+ .
15 4. Concentré d'acide lactique, obtenu par un procédé selon la revendication 1, 2 ou 3.

5. L'utilisation d'un concentré d'acide lactique selon la revendication 4 dans l'industrie alimentaire pour réaliser un abaissement de pH et/ou pour activer des
20 microorganismes devant réaliser une transformation dans un processus d'élaboration d'aliments, et/ou comme flavorisant et renforçateur de goût.

6. Utilisation selon la revendication 5, caractérisé en ce que le concentré est ajouté à du lait en fromagerie,
25 à des pâtes à pain en panification, à de la mûlée de charcuterie, à de la saumure de salaisonnerie, à des sauces ou à des plats cuisinés.

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FR 9103944
FA 454972

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	CHEMIE, INGENIEUR, TECHNIK, vol. 62, no. 3, Mars 1990, WEINHEIM DE page 214; M. LOTZ ET AL.: 'KONTINUIERLICHE FERMENTATIVE HERSTELLUNG VON L-MILCHSAURE UND IHRE AUFARBEITUNG DURCH ELEKTRODIALYSE' DOCUMENT EN ENTIER ---	1-4
X	DE-A-3 926 642 (FRAUENHOFER-GESELLSCHAFT ZUR FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN FORSCHUNG) * colonne 1, ligne 60 - ligne 66 * * colonne 3, ligne 66 - colonne 4, ligne 28; revendication 1 * ---	1-4
X	GB-A-907 321 (BOWMANS CHEMICALS LTD.) * page 2, ligne 2 - ligne 17; revendications 1-3 * -----	1-4
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
		C07C
Date d'achèvement de la recherche 09 DECEMBRE 1991		Examineur KLAG M. J.
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

This Page Blank (uspto)